МИНИСТЕРСТВО ГЕОЛОГИИ СССР
ВСЕСОЮЗНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ (В И М С)



Научный совет по аналитическим методам

Химико-аналитические методы

Инструкция № 2-Х

СЕРА

МОСКВА - 1965 г.

gost.e-ecolog.ru

В соответствии с приказом Госгеолкома СССР № 229 от 18 мая 1964 г. инструкция № 2 - Х рассмотрена и рекомендована Научным Советом по аналитическим методам к применению для анализа рядовых проб.

(Протокол № I от 25.XII.64 г.)

Председатель НСАМ — В.Г.Сочеванов

Председатель секции химико-аналитических методов — К.С.Пахомова

Ученый секретарь — Р.С.Фридман

Инструкция № 2 - Х рассмотрена в соответствии с приказом Государственного геологического комитета СССР № 229 от 18 мая 1964 г. Научным Советом по аналитическим методам (протокол №I от 25.XII.64 г.) и утверждена ВИМСом с введением в действие с I/УШ-65 г.

ВЕСОВОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЕРЫ РАСТВОРИМЫХ СУЛЬФАТОВ[x/]

Сущность метода

Метод основан на избирательном растворении некоторых природных сульфатов (гипс, ангидрид и пр.) в 8-I0%-ной по весу соляной кислоте. Другие сульфаты (барит, целестин, алунит) при этом не растворяются. Определение растворимой сульфатной серы заканчивается, как обычно, осаждением в виде сульфата бария и взвешиванием прокаленного остатка (I, 3).

Если в испытуемом материале присутствуют сульфиды, растворимые в I0%-ной соляной кислоте (галенит, сфалерит и др.), то выделяющийся сероводород может частично окисляться до серной кислоты и завышать результаты определения сульфатной серы. Для предотвращения этой ошибки растворение в соляной кислоте следует проводить при пропускании тока углекислого газа.

Железо и другие элементы, которые осаждаются аммиаком в виде гидроокисей, а не основных сульфатов, отделяют предварительно двукратным осаждением из солянокислого раствора 25%-ным аммиаком, прибавляемым с избытком.

При осаждении сульфат-иона из растворов, содержащих аммонийные соли, возникает отрицательная ошибка, связанная с соосаждением сульфата аммония, который улетучивается при прокаливании осадка. Захватывание сульфата аммония осадком уменьшается при увеличении скорости осаждения и продолжительности отстаивания раствора с осадком перед фильтрованием.

Метод позволяет определять от 0,I0% серного ангидрида (SO_3).

---

x/ Внесена в НСАМ химико-аналитической лабораторией ВИМСа, 1964 г.

Допустимые расхождения (2)

Содержание сульфатной серы (SO_3), %	Допустимые расхождения, отн.%
Выше 20	I
I0,0 - 20,0	4 - I,5
I,0 - I0,0	I0 - 4
0,05 - I,0	20 - I0

Реактивы и материалы

I. Кислота азотная, d I,4[x/]

2. Кислота соляная, d I,I9 и разбавленная I:I (для получения углекислого газа).

3. Кислота соляная, I0%-ный (по весу) раствор. 225 мл. соляной кислоты d I,I9 разбавляют до I л водой.

4. Аммиак, 25%-ный раствор.

5. Барий хлористый, 8% - ный раствор.

6. Серебро азотнокислое, 5%-ный раствор.

7. Перекись водорода, 30%-ный раствор(пергидроль).

8. Метиловый оранжевый, 0,0I%-ный водный раствор.

9. Мрамор (для получения углекислого газа).

Аппаратура

I. Аппарат Киппа для получения углекислого газа.

2. Склянки Тищенко для промывания углекислого газа - 2шт.. с 5%-ным раствором сернокислой меди (II), подкисленным I-2 каплями серной кислоты I:I и с водой.

Ход анализа

Навеску образца I-2 г (в зависимости от содержания сульфатной серы) помещают в коническую колбу емкостью 200-250 мл, приливают 50-75 мл I0%-ного раствора соляной кислоты, отмечают уровень жидкости в колбе и в течение I5-20 мин. пропускают на холоду ток углекислого газа, погрузив конец вводной трубки почти до дна колбы. Не прерывая тока газа, содержимое колбы нагревают до кипения и кипятят 30-40 мин., периодически пополняя горячей водой убыль жидкости в колбе. Раствор охлаждают

x/ d -относительная плотность.

под током углекислого газа. Затем содержимое колбы переносят в мерную колбу емкостью 250 мл, доводят объем до метки водой, перемешивают и сразу же фильтруют через сухой фильтр в сухой стакан. Отбирают аликвотную часть раствора 200 мл и переносят в стакан емкостью 300-400 мл.

Окислив закисное железо 1-2 каплями пергидроля, нагревают солянокислый раствор почти до кипения и осаждают гидроокиси 25%-ным аммиаком, прибавляя его до появления слабого запаха, а затем приливают избыток 3-4 мл. Покещают стакан на горячую водяную баню и дают осадку гидроокисей отстояться. Осадок отфильтровывают и промывают 4-5 раз горячей водой, к которой добавлено небольшое количество аммиака (3-4 мл на 1 л воды).

Фильтр с осадком переносят в стакан, в котором производилось осаждение, приливают 20-30 мл 10%-ной соляной кислоты, осторожно нагревают до растворения осадка, разрывают фильтр стеклянной палочкой на части, прибавляют 100 мл воды и вторично осаждают гидроокиси аммиаком так же, как и в первый раз.

Осадок гидроокисей промывают водой с несколькими каплями аммиака до отрицательной реакции на хлор-ион в промывных водах (проба с раствором азотнокислого серебра при слабом подкислении азотной кислотой).

Соединяют оба фильтрата и промывные воды. Полученный раствор нейтрализуют соляной кислотой по метиловому оранжевому до перехода окраски индикатора в красный цвет, упаривают до объема 150-200 мл и прибавляют соляной кислоты d 1,19 из расчета 0,5 мл кислоты на каждые 100 мл раствора. Раствор нагревают до кипения и осаждают сульфат-ион, прибавляя в один прием при энергичном перемешивании 30 мл горячего 3%-ного раствора хлористого бария.

Раствор с осадком кипятят в течение нескольких минут, дают постоять в теплом месте и оставляют до следующего дня. Фильтруют через плотный фильтр и осадок сульфата бария промывают холодной водой до отрицательной реакции на хлор-ион (проба с раствором азотнокислого серебра). Фильтр с осадком помещают во взвешенный тигель, осторожно озоляют фильтр, прокаливают остаток при умеренно-красном калении (не выше 800^{0}С) и взвешивают.

Параллельно проводят глухой опыт с теми же реактивами.

Вычисление результатов анализа

Содержание растворимой сульфатной серы вычисляют по формуле:

$$\% \quad SO_3 = \frac{A \cdot 250 \cdot 0{,}3430}{200 \cdot H} \cdot 100,$$

где: А - вес осадка сульфата бария, г/с поправкой на глухой опыт/;

250 - объем испытуемого раствора, мл;

200 - объем аликвотной части раствора, взятой для определения, мл;

0,3430- фактор пересчета сульфата бария на серный ангидрид (SO_3);

Н - навеска, г.

Литература

I. Анализ минерального сырья, под редакцией Ю.Н.Книпович и Ю.В.Морачевского. Л.,Госхимиздат, 1956.

2.Изменения и дополнения к "Временной инструкции по внутрилабораторному контролю МГ и ОН СССР", 1962.

3. А.И.Пономарев. Методы химического анализа силикатных и карбонатных горных пород. М., изд.АН СССР, 1961.

Подписано к печати 25.IX.65г.
Заказ 175 Уч.-изд.л.0,3 Л103643 Тираж 500
Ротапринт ВИМСа

Выписка из приказа ГГК СССР № 229 от I8 мая I964 года

7. Министерству геологии и охраны недр Казахской ССР, главным управлениям и управлениям геологии и охраны недр при Советах Министров союзных республик, научно-исследовательским институтам, организациям и учреждениям Госгеолкома СССР:

а) обязать лаборатории при выполнении количественных анализов геологических проб применять методы, рекомендованные ГОСТами, а также Научным советом, по мере утверждения последних ВИМСом.

При отсутствии ГОСТов и методов, утвержденных ВИМСом, разрешить временно применение методик, утвержденных в порядке, предусмотренном приказом от I ноября I954 г. № 998;

в) выделить лиц, ответственных за выполнение лабораториями установленных настоящим приказом требований к применению наиболее прогрессивных методов анализа.

К Л А С С И Ф И К А Ц И Я

лабораторных методов анализа минерального сырья по их назначению и достигаемой точности

Категория анализа	Наименование анализа	Назначение анализа	Точность по сравнению с допусками внутрилабораторного контроля	Коэффициент к допускам
I	Особо точный анализ	Арбитражный анализ, анализ эталонов.	Средняя ошибка в 3 раза меньше допусков.	0,33
П	Полный анализ	Полные анализы горных пород и минералов.	Точность анализа должна обеспечивать получение суммы элементов в пределах 99,5-100,5%	
Ш	Анализ рядовых проб	Массовый анализ геологических проб при разведочных работах и подсчете запасов, а также при контрольных анализах.	Ошибки анализа должны укладываться в допуски	I
IУ	Анализ технологических продуктов	Текущий контроль технологических процессов.	Ошибки анализа могут укладываться в расширенные допуски по особой договоренности с заказчиком.	I - 2
У	Особо точный анализ геохимических проб	Определение редких и рассеянных элементов и "элементов-спутников" при близких к кларковым содержаниях.	Ошибка определения не должна превышать половины допуска; для низких содержаний, для которых допуски отсутствуют, - по договоренности с заказчиком.	0,5
УI	Анализ рядовых геохимических проб.	Анализ проб при геохимических и других исследованиях с повышенной чувствительностью и высокой производительностью.	Ошибка определения должна укладываться в удвоенный допуск; для низких содержаний, для которых допуски отсутствуют, - по договоренности с заказчиком.	2
УП	Полуколичественный анализ	Качественная характеристика минерального сырья с ориентировочным указанием содержания элементов, применяемая при металлометрической съемке и др. поисковых геологических работах.	При определении содержания элемента допускаются отклонения на 0,5-I порядок.	
УШ	Качественный анализ	Качественное определение присутствия элемента в минеральном сырье.	Точность определения не нормируется	

gost.e-ecolog.ru